

W 1796 - 01

PROCESSED STARCH

Patent number: JP57005700
Publication date: 1982-01-12
Inventor: TAKEO KIMIHIKO; HIRANO TOUICHIROU; SATOU FUMIHIKO
Applicant: ASAHI CHEMICAL IND
Classification:
- **international:** C13L1/00
- **european:** A61K47/36; C08B30/12; C08L3/02
Application number: JP19800079266 19800612
Priority number(s): JP19800079266 19800612

Also published as:

 US4447601 (A1)
 US4383111 (A1)
 GB2078767 (A)
 FR2484453 (A1)
 ES8300137 (A)

more >>

[Report a data error here](#)

Abstract not available for JP57005700

Abstract of corresponding document: **US4383111**

A processed starch useful as a disintegrant to be incorporated into medicines is provided. The processed starch consists essentially of substantially non-birefringent starch powder which substantially retains the shell film structure of green starch granules. The starch powder has a particle size distribution substantially free of a fraction having a size of 48 Tyler standard sieve mesh or having a larger size, and has a bulk density of at least about 0.25 g/cc, a cold water-soluble component content of less than 10% by weight, a swelling volume of about 3 to about 15 ml/g and a water retention of at least about 2. The processed starch is prepared by a process wherein water and, if necessary, an organic solvent is added to green starch to form a dispersion having a solid a component concentration of not more than 60%; the dispersion is heated to render the green starch granule non-birefringent by swelling the green starch granule without destruction of the shell film structure thereof; and then, the dispersion is dried without destruction of the shell film structure.

Data supplied from the **esp@cenet** database - Worldwide

⑬ 日本国特許庁 (JP)

⑭ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報 (A)

昭57—5700

⑮ Int. Cl.³
C 13 L 1/00

識別記号

庁内整理番号
7110—4B

⑯ 公開 昭和57年(1982)1月12日

発明の数 3
審査請求 未請求

(全 12 頁)

⑭ 加工澱粉

⑰ 特 願 昭55—79266

⑱ 出 願 昭55(1980)6月12日

⑲ 発 明 者 竹尾公彦
延岡市旭町6丁目4100番地旭化
成工業株式会社内

⑳ 発 明 者 平野東一郎
延岡市旭町6丁目4100番地旭化

成工業株式会社内

㉑ 発 明 者 佐藤文彦
延岡市旭町6丁目4100番地旭化
成工業株式会社内

㉒ 出 願 人 旭化成工業株式会社
大阪市北区堂島浜1丁目2番6
号

㉓ 代 理 人 弁理士 星野透

明 細 書

1. 発明の名称

加工澱粉

2. 特許請求の範囲

(1). 生澱粉粒の外殻薄膜構造を実質的に温存する実質的に非複屈折性の澱粉粉末で、該粉末は60タイラーメッシュまたはそれより目の大きな留分を実質的に有しない粒度分布で、その嵩密度が0.25g/cc以上、冷水可溶分が10重量%未満、膨潤容積が約3〜15ml/g、保水力が約2以上であることを特徴とする加工澱粉。

(2). 澱粉種がコーンスターチ、米澱粉、小麦澱粉等の澱類澱粉である特許請求の範囲第1項記載の加工澱粉。

(3). 生澱粉粒を水分の存在下で加熱することにより、生澱粉粒の外殻薄膜構造を破壊することなく膨潤させ、次いで該外殻薄膜構造を破壊することなく乾燥することを特徴とする加工澱粉の製造方法。

(4). 生澱粉粒が澱類澱粉である特許請求の範囲第

3項記載の製造方法。

(5). 澱類澱粉がコーンスターチである特許請求の範囲第4項記載の製造方法。

(6). 生澱粉粒の外殻薄膜構造を実質的に温存する実質的に非複屈折性の澱粉粉末で、60タイラーメッシュまたはそれより目の大きな留分を実質的に有しない粒度分布を有し、その嵩密度が0.25g/cc以上、冷水可溶分が10重量%未満、膨潤容積が約3〜15ml/g、保水力が約2以上である加工澱粉を、医薬品、食品、化粧品等の崩壊剤またはおよび保水剤として用いることを特徴とする加工澱粉の使用法。

3. 発明の詳細な説明

本発明は、医薬品、化粧品、食品等に混入して用いる崩壊剤、保水剤としてすぐれた性能を発揮する新規な澱粉粉末並びにその製造法に関する。

上記崩壊剤の代表的なものとして、カルボキシメチルセルロースカルシウム、低粘度カルボキシメチルセルロースナトリウム、低置換度ヒドロキシプロピルセルロース、架橋カルボキシメチルセ

ルコースナトリウム等のセルロース誘導体類；グアガム、アルギン酸ナトリウム等の植物性ゴム類；架橋ポリビニルピロリドン；陽イオン交換樹脂類；ヒドロキシプロピルスターチ、カルボキシメチルスターチ等の澱粉誘導体類等が挙げられるがこれらは殆んど化学製品であり、セルロース、澱粉等の天然物から出発したものもそれらの化学的変性品である。化学製品による変性処置を受けていない澱粉やセルロースですぐれた崩壊性能を示す形態のものはこれまで得られていない。例えばセルロース自体は成形機能を有しているため、医薬品あるいは食品等の分野で結合剤として使用されているが崩壊力は乏しい。

また、化学的変性を加えられていない安価な崩壊剤として、生澱粉があるが、膨潤力が乏しく、従つて成形物に迅速な崩壊性を付与しようとする多量添加が必要となり、そのためよく知られているようにキャッピング現象を招いたり、成形物の経時的軟化を招くという欠点がある。

生澱粉を熱処理あるいは酸処理して冷水に完全

- 3 -

使用される澱粉が紹介されている。この澱粉は約20～50重量%の水分含量の出発原料澱粉を流動ロール製粉機、並流ロール製粉機を用いて20～50℃の温度範囲でコンパクト化し、次いで乾燥・粉碎することによつて得られている。しかし、この方法で得られた澱粉は、一旦水分を加えて造粒されたり、その造粒物を加圧成形したりするような所謂湿式打錠法によつて成形物を作成する場合は、殆んどその効力を発揮しないという欠点があつた。また、同公報中にも記載されているように、例えば医薬用成形物としての錠剤に添加してその機能を十分に発揮させるには、その錠剤に用いられる結合剤が全重量のうち、少なくとも50%に相当する量で存在すること、およびさらに好ましくは、この目的のために処方に加えられる唯一の結合剤であること等の制約条件内にあることが必要であり、それ以外では結合剤—崩壊剤の機能が発揮されず、成形物の処方を自由に組めないという欠点もあつた。

また、特公昭53-5725号公報には、結合剤、

- 5 -

に溶解するようにした α 化澱粉も崩壊剤として使用されることがあるが、これを使用すると、成形物の細孔に崩壊液（通常の場合水が使用される）が浸透して行く過程で α 化澱粉がその崩壊液に溶けてその粘度を著しく上昇させ、そのために液の浸透が困難となり、迅速な崩壊性を付与することは困難である。

天然資源の豊富な澱粉は、これ以外にも崩壊剤として応用されている例がある。特公昭46-21471号公報によれば、複屈折粒子と非複屈折粒子から成り、粒子乃至小片のあるものは集合体を形成し、約4～40重量%の範囲で冷水に溶解性を示し、その乾燥物質の膨潤力は約2.5～1.2を基準とし、自由密度は約0.5～0.7 g/ccであり、水分は総重量に対して約9～16%であり、粒子の大きさは実質的に40メッシュ以上であつてもよいが、総重量に対して90%以上の粉末が80メッシュ以下で約10～70%の固形粉末が270メッシュ以上であつて、約30～90%の固形粉末が270メッシュ以下であるような、結合剤、崩壊剤として

- 4 -

崩壊剤として表面 α 型の β 型澱粉を用いる物や、錠剤の製造法が紹介されている。ここで紹介されている澱粉は特徴的で、 β 型澱粉、即ち生澱粉表面を α 型澱粉でコーティングするか、生澱粉を流動層中において流動させながら、高圧蒸気を噴霧するか、生澱粉を水中に懸濁させ、その懸濁液を空気温度200～400℃の雰囲気中に噴霧する等の方法により、表面だけ α 化され内部は β 型であるような澱粉を得ようとするものであつた。しかしながら、このようにして得られた澱粉は、その表面が α 型であるため結合性にはすぐれるものの、崩壊液が α 化部分を通過し β 型部分に到達するまでに時間がかかるためか、もしくは成型物の細孔に崩壊液が浸透するとき、 α 化部分が崩壊液に溶けて増粘効果をもたらし、従つて崩壊液の浸透が妨げられるためか、崩壊力は十分でなかつた。さらに表面が α 化されていると、 α 化澱粉の一般的性質として、澱粉化学ハンドブック；二國二郎監修、明倉書店出版、（昭和52年）P.35にも記載されているとおり、酵素や化学薬品に対する反応性が

- 6 -

大となるため、医薬品、食品等に添加使用する場合その応用範囲を狭くするという問題もある。

従つて、本発明の目的は、すぐれた崩壊性能を有する、化学的に変性されていない形態の加工澱粉粉末を提供することである。

この目的を達成する本発明の加工澱粉は、生澱粉粒の外殻薄膜構造を實質的に温存する實質的に非複屈折性の澱粉粉末で、該粉末は60タイラームッシュまたはそれより目の大きな留分を實質的に有しない粒度分布で、その嵩密度が 0.25 g/cc 以上、冷水可溶分が10重量%未満、膨潤容積が約 $3\sim 15\text{ ml/g}$ 、保水力が約2以上であることを特徴とするものである。

本発明の加工澱粉は、錠剤、顆粒剤、細粒剤等の形態の医薬品、食品、調味料等に崩壊剤として混入され、極めてすぐれた崩壊効果を奏することができる。また、食品（例えば粉状食品）や化粧品（例えば制汗スティック、パーフューム・パウダー、夏用ファンデーション等）に用いて、保水剤、ブロッキング防止剤としてのすぐれた効果を

- 7 -

冷水可溶分が少ない。これを再度水中に投入したときは、澱粉粉末の澱粉は非複屈折性であるため、水分を吸収して再膨潤し、しかし糊化しないためすぐれた崩壊力を示すことができる。

本発明の加工澱粉粉末は、10重量%未満、好ましくは4重量%未満の冷水可溶分を示す（冷水可溶分の測定法については後に示す）。10%以上では吸湿時の粘着性が大きくなり、崩壊力が低下する。4%以下の場合に最も好ましい崩壊力が得られる。澱粉粒の冷水可溶分は約 $0.2\sim 0.4$ 重量%である。従つて、冷水可溶分はこれ以下の値になることはない。

本発明の加工澱粉粉末は、約 $3\sim 15\text{ ml/g}$ の膨潤容積（定義及び測定法は後述）を有する。生の澱粉粒の膨潤容積は約 $1\sim 2\text{ ml/g}$ である。膨潤容積 3 ml/g 未満のものは、添加された成形物に迅速な崩壊性を付与できない。本発明の加工澱粉粉末は、化学的な変性に加えられておらず、又糊化されていないため、膨潤容積の上限は 15 ml/g の程度である。この限度内において膨潤容積が大である程

- 9 -

奏することができる。

以下に本発明を具体的に説明する。

本発明の澱粉粉末は、第一に非複屈折性の澱粉からなる。植物の細胞中に存在する生澱粉はすべて粒状構造をしており、これを澱粉粒という。この生の澱粉粒は、水中に投入して偏光顕微鏡で観察するとき、結晶性物質に特有な複屈折性を示すが、本発明の澱粉粉末は非複屈折性であり、従つて結晶性を失つた非晶質である。

上記生の澱粉粒は、薄膜状の外殻部で被ふくされている。本発明の澱粉粉末は非複屈折性ではあるが、この外殻部の薄膜構造が維持され、薄膜に破裂を生じておらず澱粉粒子形態が維持されており、個々の粒子が識別可能のものである。

外殻薄膜部分が破壊された非複屈折性澱粉は、水中で不可逆膨潤（溶解）し、その結果液の粘度は上昇し、澱粉は酵素または化学薬品に対する反応性の増大したものとなる。これに対して、本発明の澱粉粉末は外殻薄膜部分が残っているため、水可溶成分のアミロースの滲出が少なく、従つて

- 8 -

崩壊力も大である。

本発明の加工澱粉粉末の保水力（定義及び測定法は後述する）は約2以上で、通常4～7の値をとる。生の澱粉粒の保水力は2未満である。それ故本発明の加工澱粉粉末は添加成形物に崩壊性と同時に良好な保水性を付与することができる。

本発明の加工澱粉粉末は、粗大粒子を含むものであつてはならず、60タイラームッシュ（以後単にメッシュという）を少なくとも95重量%以上、好ましくは100重量%通過する程度の粒度分布を持つものでなければならない。粒度が大きいと、添加成形物粒間の崩壊時間のバラツキが大きくなり、また化粧品等に添加したときザラツキを生じ好ましくない。

本発明の加工澱粉粉末は、約 0.25 g/cc 以上、好ましくは 0.3 g/cc 以上の嵩密度を有しなければならない。生の澱粉粒の真密度は約 1.6 g/cc である。約 0.25 g/cc 未満の嵩密度では、添加物を乾式成形したとき圧縮成形性が不良となり、粉体としての流動性にも悪影響を与えるので好ましくない。

- 10 -

次に、本発明の加工澱粉粉末の製造法について述べる。

本発明の加工澱粉粉末の製造法は、生の澱粉粒を水分の存在下で加熱することにより生の澱粉粒子の外殻薄膜構造を破壊することなく膨潤させ、次いで該外殻薄膜構造を破壊することなく乾燥することを特徴とする方法である。

本発明の出発原料としては、コーンスターチ、小麦澱粉、米澱粉等の地上澱粉、即ち穀類澱粉であればいずれも使用し得るが、原料入手の容易性、本発明製造方法の適用の容易性等の理由から、コーンスターチが特に好ましい。ポテトスターチ(タピオカ澱粉)等の根類澱粉または塊茎類澱粉は膨潤力は大きいであるが、製造条件として特に限定された狭い範囲を遊ぶ必要があつたり、実使用に際して経時的劣化、特に吸湿による作用効果の減退が見られたりして使いにくい。従つて特に理由がない限り、コーンスターチ等の穀類澱粉を選ぶのがよい。出発原料として、2種類以上の澱粉を組み合わせるのは自由であるが、困難がつきまとう。

- 11 -

表-1 各種澱粉の糊化温度

種 類	糊化開始温度(℃)
ポテトスターチ	61.0
タピオカ澱粉	65.4
甘 藷 類	65.8
コーンスターチ	66.8
小 麦	58.0

出 澱粉科学ハンドブック P.36

例えば、スラリー様の大過剰の水分存在下で生澱粉を加熱し、破壊させることなく膨潤させようとするなら、表-1に示したような糊化開始温度を大幅に上回つて加熱することは避けるべきである。また、例えば水分含量が約20~70%程度の低水分域で生澱粉-水混合物を加熱する場合は、水の沸点前後の温度、具体的には約80~140℃の範囲で加熱することも可能であるが、均一な加熱を望むなら、過剰量の水分の存在下で低温加熱するのがよい。また当然、単に澱粉を水に浸漬しただけでは本発明の効果は得られず、少なくとも50℃以上の温度で加熱すべきである。加熱時間については、殆んど自由である。ある温度で加熱

- 13 -

それは、澱粉の種類によつて水中での膨潤速度が異なるためであるが、完成された異なる加工澱粉同士を粉末で混合して使用することは差し支えない。

原料澱粉の粒度は製品の加工澱粉の粒度からの要請に即え得るものが望ましい。勿論加工後の澱粉を篩別けしてもよい。

本発明の製造方法の水中加熱及び乾燥においては、原料澱粉粒の外殻薄膜を破壊し、その結果不可逆的膨潤(溶解)を惹起し水溶液をペースト化することは絶対に避けなければならない。即ち、澱粉粒子を糊化せしめてはならない。澱粉粒子の糊化温度は測定法、澱粉の種類、粒径、産地、生育収穫期の気象条件等によつて多少異なるとされているが、懸濁液の透光度の変化を追跡することによるフォトペーストグラフィーにより測定した値の1例を表-1に示す。

- 12 -

しようとする場合、その加熱時間は1~2分間という短時間から数時間に亘るまで自由に選び得る。勿論それより更に長時間加熱することも可能だが、加熱時間を長くしても、それにより得られる利点は何もない。エネルギー効率から考えて、より短い時間で処理すべきである。ただ、短時間加熱した後乾燥して得たポテトスターチは、検視したとき、まれに不明瞭な複屈折粒子を非常に少ない割合で認めるときがある。それは、例えば熱処理された粒子偏数100に対して約10個以下程度の割合である。このような不完全粒子が現われる理由は、生澱粉粒が広い粒子径分布を有しているためだと推察されるが、生澱粉粒子が示す明瞭な複屈折性と比較すれば、その複屈折性は不明瞭であつたり弱かつたりするので区別できる。このような少ない割合で不明瞭な複屈折粒子を含むポテトスターチも本発明に包含されると考えるべきである。勿論、このような遷移状態の粒子割合は、少なければ少ない程好ましい。

本発明においては、加熱の方法は自由である。

- 14 -

また、そのとき共存させる水分の澱粉に対する量も自由であり、希薄なスラリー状から、例えば水分含量約20%程度のバサバサした粉状に近い湿潤状態まで自由に遊び得るが、好ましくは約40%以上の水分含量域がよい。また加熱に際し、加熱状態を均一にする目的で、攪拌や旋置、混合を行なうのは自由であるが、本発明においては大部分の粒子を破砕させることなく加熱し、次いで乾燥することが重要であるから、撹動ロール製粉機や並流ロール製粉機等の強力な剪断力がかかる装置を使用して混合、混練を行なうのは不適當である。

乾燥処理工程で留意すべきは乾燥温度と乾燥速度であつて、例えばスラリー状態で懸濁している澱粉を、その糊化温度以上で、かつ緩慢な乾燥速度のもとで乾燥すれば、本発明の効果が得られない。スラリー様の水分過剰な状態のものを乾燥するには、瞬時にして減率乾燥の状態に遷するようなフラッシュドライヤー、噴霧乾燥機等の装置を使うべきである。勿論、糊化温度以下の温度で、

- 15 -

明の加工澱粉粉末を医薬品に添加して崩壊性を賦与するには、当該成形物全重量に対し約1~10重量%添加すればよい。勿論、本発明の加工澱粉粉末はそれ自体薬効を有していないから、賦形剤・崩壊剤として10重量%以上加えることも可能である。

本発明の加工澱粉粉末が添加された医薬品組成物は、通常の方法により造粒及びまたは成形されて、細粒剤、顆粒剤、錠剤、丸剤となり得る。これらの成形物にフィルムコーティングを施したり、糖衣掛け、ワックスコーティングを行なうのは自由である。

本発明の加工澱粉粉末を使用して得た医薬品成形物は、それを崩壊液中に投入したとき、あたかも表面から溶けるかの如く崩壊する、所謂“溶解型崩壊パターン”を示し、主薬の溶出率がよいことが特徴である。この溶解型崩壊パターンは、従来から存在している生澱粉や α 化澱粉を添加した系では全く得られず、これらの系ではブロック状崩壊しか示さない。従つて、生澱粉、 α 化澱粉を

- 17 -

ゆつくり乾燥したり、減圧あるいは真空乾燥、真空凍結乾燥、有機溶媒置換等の乾燥方法を探るのは自由である。

本発明の澱粉粉末は、以下に述べる方法で検視したとき、その大部分の粒子が破砕を受けていないものでなければならない。粒子の損傷はもとの生澱粉粒子に傷があつたり、水分存在下での加熱処理温度及びまたは乾燥温度が高すぎた場合に発生する。高すぎる加熱温度で処理されたことによつて生じる澱粉粒子の破壊は、もはや次工程の乾燥工程では修復され得ないから、得られた澱粉粉末を調査すれば、粒子の損傷状態が観察できる。

以上のような方法で製造された本発明の前記製件を満足する加工澱粉粉末は、良好な膨潤能力を有し、あらゆる分野の成形物の崩壊剤として使用できるが、特に医薬品において好適に用いられる。医薬品の錠剤、顆粒剤、細粒剤等のように、人体に投与され、体液中で迅速に成形物が崩壊することを必要とされる分野では特に有効である。本発

- 16 -

含む系はしばしば溶出率を低くすることがあつた。以前から、製剤業界では成形物に溶解型崩壊パターンを与えるような崩壊剤の出現が望まれており、本発明はそれに応えるという意味からも意義あるものと考えられる。

本発明の加工澱粉粉末は、先述したような食品の保水剤、ブロッキング防止剤として利用できる他、化粧品に応用されてすぐれた吸水性と使用感を与える。粉状食品に添加してブロッキング防止剤として使用する場合は1%以上の添加でその効力を発揮する。増量剤を兼ねて保水剤として利用する場合、その添加量は自由に調節してよい。また本発明の加工澱粉粉末は崩壊力にすぐれ、かつ吸水しても粘着性をもたらない。またこれら粉末状あるいは顆粒状、タブレット状食品に添加すると、冷水分散性を改良すると共に熱湯に直接投入しても、ままこを生じないような崩壊性及び分散性のすぐれた食品の製造が可能となる。勿論、熱湯中に添加すると、分散後糊化して粘稠剤となる。上記冷水もしくは熱湯分散性を期待する場合、

- 18 -

約2重量%以上、好ましくは約5重量%添加することが必要である。

一方、制汗スティック、パーフューム・パウダー、夏用ファンデーションに応用してその保水性を利用しようとする場合は、約1重量%以上、好ましくは約3重量%以上添加するのがよい。本発明の加工澱粉粉末の場合、適度な成形性も有しており、成形品に利用すると好適である。

次に、本発明で用いた用語の定義及び測定法を一括して示す。

冷水可溶分

試料3g(無水換算)を精秤し、25℃の純水297mlを加え、1500rpmで2分間高速攪拌する。得られた懸濁液を4等分して丸底遠心分離管に移し、2000rpmで15分間遠心分離する。この上澄液を30ml採取し、広口の秤量皿に移し、蒸気浴上で乾燥蒸発させ、次いでこの皿を110℃で一定重量にまで乾燥する。皿中の乾燥物重量を1000倍し、最初の試料の乾燥物重量で割つたものが澱粉粉末の冷水溶解分であり、 $n=3\sim6$ の平均値

-19-

置して染色する。次に蒸留水を加えて遠心分離を3~5回繰り返す。過剰の染料を洗い流す。このようによく洗浄した試料をスライド上に採り、Nippon-Sky-Blue(大和加工所製)の1%水溶液を加えて均一に混合し、カバーガラスを掛けて検鏡する。

本発明でいう澱粉粉末は、生澱粉が呈するような桃色染色でもなく、完全に糊化された澱粉が呈する深い青色染色でもなく、少し青味がかつた中庸の色を示す。当然のことながら、表面 α 型の β 型澱粉が呈するような、即ち α 型部分が青色、 β 型澱粉が桃色と二相を呈するような染色状態は示さず、かつ複屈折粒子と非複屈折性粒子から構成される澱粉が呈するようなある部分は桃色、ある部分は青色、ある部分はその双方の色を持つという混濁したような染色状態も示さない。殆んどすべての粒子が、外層から内層まで均一な、少し青味がかつた中庸の色を示し、かつ澱粉粒子の外殻は伸びてはいるが薄膜状に残っており、明らかに糊化された泥状物のそれとは異なつた構造が観察

-21-

で示す。

膨潤容積

試料5gを共栓付100mlメスシリンダーに採り、25℃の純水約80mlを加え軽く振盪して脱泡させた後、全量を純水で100mlとする。密栓し24時間静置し、吸水膨潤した試料の容積を読み、それを5で除して膨潤容積とする。

保水力

膨潤容積の測定法に準じて試料を作成し、得られた分散液を遠心沈降管に移し、4500rpmで30分間遠心分離する。上澄液を捨て湿潤沈降物の重量を測定し(W_p)、次いで該沈降物を絶乾秤量し(W_{dp})、次式により保水力を算出する。

$$\text{保水力} = \frac{W}{W_0} \times 100 \quad (9)$$

粒子の破壊(損傷)状態の観察:(澱粉科学ハンドブック P.289)

試料0.5gを10ml容の遠心沈降管にとり、サフラニンO(東京化成工業製)の1%水溶液を約2ml加え、ガラス棒でよく攪拌して15分間静

-20-

される。

次に実施例を示す。

実施例1

局方コーンスターチを5、10、15重量%の固形分濃度で水中に分散させ、これらのスラリーを、それぞれ65℃に20分間加熱した。次いで二流体ノズルを有する実験室規模の噴霧乾燥機を用いて、入口温度約180℃、出口温度約90℃の霧状空气中に5L/hrのスラリー供給速度で噴霧し、それぞれサンプルA-1、A-2、A-3を得た。各サンプルの物性を表-2に示す。

実施例2

局方コーンスターチを30重量%の固形分濃度で水中に分散させ、これを67℃で30分間加熱した。次いでこれをトレイに移し、40℃に調温された熱風乾燥機中で水分含量約4%になるまで乾燥した後、ハンマーミルを2回通過させ、1回目の通過分をサンプルB-1、2回目の通過分をサンプルB-2とした。各サンプルの物性を表-2に示す。

-22-

実施例 3

局方コーンスターチを30重量%の固形分濃度で水中に分散させ、これを67℃で約30分間加温した。これを約3倍容量のメチルアルコール中に投入し、戸別後再び過剰量のメチルアルコール中に投入して脱水し、戸別後風乾し、粗大粒子を60メッシュ篩でカットしてサンプルCを得た。その物性を表-2に示す。

比較例 1

局方コーンスターチを10重量%の固形分濃度で水中に分散させ、これを強力に攪拌しながら、67℃で60分間加温した。次いでこれを等量の冷水中に投入して冷却後戸過して残渣を凍結乾燥した。得られた乾燥物をハンマーミルで粉砕し、サンプルDを得た。

実施例 4

局方コーンスターチに水を加え、水分含量30%（固形分濃度70%）に調整し、密閉容器中で105℃、30分間加熱した。冷却後開放し、60℃に調節された熱風乾燥機中で水分含量約4%に

- 23 -

なるまで乾燥した。乾燥物をスビードミル（不二パウダル製）に通し、次いで粗大粒子を60メッシュ篩でカットし、サンプルEを得た。サンプルの物性を表-2に示す。

比較例 2

局方コーンスターチに水を加え、水分含量24~25%とし、ペレットミル（不二パウダル製）で押した後、乾燥して水分含量を約7%とした後、ハンマーミルで粉砕し、100メッシュを通過するような粉末とする。このようにして得た粉末を、リボンブレンダー中で加水し、水分含量12%に調節しコンパクト化製粉粉末、サンプルFを得た（特公昭46-21471号公報の実施例/参照）。物性を表-2に示す。

比較例 3

局方コーンスターチを常法通り流動層造粒機（大川原製作所製、ユニ・グラット）中で、コーンスターチ糊液を結合液として表面α型のβ型製粉粉末を造粒し、サンプルGを得た。噴霧されたα化製粉の割合は、約14%であつた。その物性

- 24 -

を表-2に示す。

比較例 4

局方コーンスターチを3重量%のスターリーとし、90℃に加熱して完全に糊化し、実施例1の方法で噴霧乾燥し粗大粒子を60メッシュ篩で除き、サンプルHを得た。その物性を表-2に示す。

（以下余白）

表-2 各種サンプルの物性値

サンプル名	60メッシュ (g)	濃度 (g/100)	冷水可溶分 (g)	膨容率 (ml/g)	複屈折性	粒子の破壊の程度	保水力 (%)
A-1	0	0.36	0.8	約 8.8	僅光十字を認めない	中 黒 色	約 4.9
A-2	0.1	0.50	0.9	約 8.9	"	"	約 5.7
A-3	0.3	0.53	1.0	約 9.2	"	"	約 6.1
B-1	7.4	0.67	1.2	約 7.8	"	"	約 5.3
B-2	2.3	0.66	1.2	約 8.3	"	"	約 5.3
C	0	0.30	1.1	約 9.5	"	"	約 5.9
D	0.1	0.37	1.53	約 1.4	"	粒子が壊れ、中 黒 色 若しは中 黒 色 中 黒 色	約 3.8
E	0	0.48	5.3	約 4.3	僅光十字を認めない	黒 色	約 3.9
F	0.3	0.56	9.6	約 7.2	約 4~5 割が僅光十字を示す	黄色と棕色が混在	約 4.4
G	2.1	0.47	2.5	約 3.8	大部分の粒子が僅光十字を示す	黄色と棕色が混在	約 2.3
H	0	0.55	3.20	約 1.6	僅光十字を認めない	灰い青色	約 3.4
CS	0	0.45	0.3	2 以下	全粒子が僅光十字を示す	影かな棕色	約 1.6

※ 未処理の生製粉（以下同じ）

- 25 -

- 26 -

実施例 5

局方フエナセチン末200部、局方結晶セルロース400部、局方結晶乳糖345部、局方ステアリン酸マグネシウム5部、合計950部に、表-2に示した各サンプルを50部加え、常法通り混合してロータリー型打錠機（菊水製作所（製）、RT-S22、臼杵8mmφ、1/2R）にて直接打錠した。錠剤重量は20錠の平均値が 250 ± 10 mgとなるように調節した。錠剤評価結果を表-3'及び表-4に示す。なお、錠剤評価方法は次のとおりである。

錠剤重量バラッキ

錠剤20錠をそれぞれ精秤し、変動係数（ $n = 20$ ）を求める。

硬 度

錠剤20錠を、それぞれ木屋式硬度計（単位：kg）にて破断試験に掛け、その平均値を算出する。

崩壊度

日本薬局方第九改正の標錠の測定法による。但し、ディスクを外して行なう。 $n = 6$ の平均値。

- 27 -

定し、移量法により溶出量を求める。溶出速度の測定は、同一錠剤系で5回繰り返して、その平均値を計算する。

表-3 錠剤物性の評価結果

	サンプル名	成形圧力 (kg/cm ²)	C V 値 (%)	硬 度 (kg)	崩壊度 (分)	崩壊パターン
実 施 例	A-1	500 1000	22 23	5.3 8.1	< 1 2.1	} 溶解型
	A-2	500 1000	< 2	5.5 8.2	< 1 1.8	
	A-3	500 1000	< 1	5.6 8.5	< 1 2.0	} "
	B-1	500 1000	< 2	4.8 7.9	2.5 3.1	
	B-2	500 1000	< 2	5.0 7.9	1.2 2.1	} 溶解型
	C	500 1000	< 2	5.0 7.7	< 1 1.5	
比 較 例	D	500 1000	3.3 3.5	3.2 5.8	3.0 > 15.0	} 粗大片あり
	E	500 1000	2.4 2.4	4.3 7.1	1.4 2.9	
	F	500 1000	< 2	5.1 8.0	3.0 6.4	} 粗大片あり
	G	500 1000	< 2	3.8 6.9	2.6 5.8	
	H	500 1000	< 2	4.4 7.8	2.9 > 15.0	} "
	CS	500 1000	3.1 -	4.0 キャッピング	2.3 -	

- 29 -

崩壊パターン

以下述べる2つの方法をもつて観察する。

(1) 静置法

シャーレに崩壊液を入れ、錠剤1個を中央に沈める。静置したまま15分間放置する。"溶解型崩壊性"を示す錠剤は、表面から溶け崩れるように細かな粉末にまで壊われ、シャーレに微震動を加えるとき、粗大なブロック状断片を示さない。

(2) 揺動法

崩壊度試験機中で崩壊試験を行なうとき、"溶解型崩壊性"を示す錠剤は、表面から溶け細るかの如く崩壊し、崩壊中に粗大なブロック状断片を生じない。

溶出速度

米國特許第3622677号明細書の回転バスケット法に準じて行なつた。溶出媒（0.1N HCl）を、 $37 \pm 1^\circ\text{C}$ に調温し一定時間毎に被検液2mlをメンブランフィルターを通して採取し、50倍に希釈後、UVメーターを用いて波長245nmで吸光度を測

- 28 -

表-4 錠剤の溶出速度

サンプル名	10分後	30分後	60分後
A-1	41.5 %	67.7 %	81.4 %
A-2	39.3	68.1	82.0
A-3	38.1	69.3	81.9
B-1	27.0	54.4	72.2
B-2	36.5	60.4	80.7
C	43.3	71.2	85.8
D	14.4	54.8	69.1
E	37.4	63.5	77.3
F	10.8	21.9	49.6
G	7.7	22.9	48.4
H	6.1	18.4	49.5
CS	18.4	27.4	46.2

(注) 測定試料はCSを除き1000mg/錠成形品

なお、表-3の錠剤を、 40°C 、75%RH下、2週間の虚待試験にかけたところ、F、G、H、CSの各サンプルは錠剤硬度が低下し、かつ崩壊時間が大幅に延長した。サンプルA～Eの系は殆んど変化しないか、あるいは変化してもわずかであった。

実施例 6

局方フエナセチン末400部、局方結晶セルロース

- 30 -

ス200部、局方細末乳糖320部、ヒドロキシプロピルセルロース（日本曹達製SL）20部、表-2に示した各サンプル50部を粉体混合し、常法どおり水を加えて造粒し、乾燥後整粒して乾燥顆粒990部に対して局方ステアリン酸マグネシウムを10部加え混合する。次いで実施例5の方法で圧縮成形し、錠剤を評価する。評価結果を表-5に示す。

（以下余白）

表-5 錠剤物性の評価結果

サンプル名	成形圧力 (kg/cm ²)	CV値 (%)	硬 度 (kg)	崩壊度 (分)	崩壊パターン
A-1	500 1000	<2	4.8 6.9	1.4 3.8	溶解型
A-2	500 1000	}	4.6 6.7	1.2 2.9	}
A-3	500 1000	}	4.8 7.1	1.6 3.5	}
B-1	500 1000	}	3.7 6.5	2.2 4.8	粗大片あり
B-2	500 1000	}	4.3 6.6	1.8 4.0	溶解型
C	500 1000	}	4.3 6.5	<1 2.8	}
D	500 1000	}	2.8 5.8	15.7 >30	粗大片あり
E	500 1000	}	4.1 6.1	2.2 5.2	溶解型
F	500 1000	}	4.3 6.5	>20 >40	粗大片あり
G	500 1000	}	2.7 5.3	13.1 >30	}
H	500 1000	}	5.0 7.3	>30 >60	}
CS	500 1000	}	2.6 5.0	2.8 >20	}

実施例7

局方アセトアミノフェン酸末200部、局方結晶乳糖445部、局方結晶セルロース300部、局方ステアリン酸マグネシウム5部、表-2のA-1、D、F、CS、の各サンプル及び局方カルボキシ

- 31 -

- 32 -

メチルセルロースカルシウムをそれぞれ0、10、80部加えて常法通り混合し、実施例5の方法で直接打錠した。得られた錠剤の評価結果を表-6に示す。

表-6 錠剤物性の評価結果（成形圧力500kg/cm²）

サンプル名	添加量 (部)	CV値 (%)	硬 度 (kg)	崩壊度 (分)	崩壊パターン
A-1	0 10 80	<2	5.9 5.8 5.5	>15 4.1 <1.0	粗大片あり 溶解型
D	0 10 80	<2 2.2 3.4	5.9 5.7 4.3	>15 14.1 8.4	粗大片あり
F	0 10 80	<2	5.9 5.9 4.4	>15 13.9 6.2	粗大片あり
CS	0 10 80	<2 <2 3.7	5.9 5.9 5.1	>15 >15 12.2	粗大片あり
CMC-Ca	0 10 80	<2 <2 3.4	5.9 5.8 5.2	>15 6.3 <1.0	粗大片あり 若干粗大片あり

（注） CMC-Ca：カルボキシメチルセルロース・カルシウム

※ 全サンプル同じデータ使用

- 33 -

実施例8

局方乳糖480部、局方コーンスターチ100部、局方結晶セルロース395部、局方ステアリン酸マグネシウム5部、ヒドロキシプロピルセルロース20部を十分混合し、常法どおり水を加えて造粒後乾燥し、24メッシュ篩を通して粗大粒子を除去し顆粒を得た。当該顆粒1000部に対して60部の崩壊剤を加え、実施例5に従って圧縮成形した。崩壊剤の種類は表-2のA-2、F、G、H及びCSとした。得られたプラセボ錠の物性評価結果を表-7に示す。

表-7 錠剤物性の評価結果

サンプル名	成形圧力 (kg/cm ²)	CV値 (%)	硬 度 (kg)	崩壊度 (分)	崩壊パターン
A-2	750 1500	<2	6.4 11.3	<1 3.2	溶解型
F	750 1500	<2	4.8 5.2	2.0 5.7	粗大片あり
G	750 1500	<2	4.3 5.9	3.8 7.0	}
H	750 1500	<2	5.8 6.2	1.24 15.8	}
CS	750 1500	2.2 2.4	4.2 キヤツピング	1.9 -	粗大片あり -

- 34 -

実施例 9

表-8に示す処方を作成し、250mlの沸騰水中に、粉体混合物15gを攪拌しながら直接添加した。その後時々攪拌しながら約2分間とろ火で煮た後、ろ布を通してボール中に移した。

処方1のものは、沸騰水中に直接添加しても、すまこを生じることなく粘稠な分散液を生じた。

処方2のものは、大きな塊りを形成し、攪拌しても分散しなかつた。

表-8 ブラウングレービ混合粉体ベース

成 分	処方1	処方2
加工澱粉(表-2のA-2)	46.3 %	— %
生 澱 粉 (コーンスターチ)	—	46.3
マルトデキストリン(DE15)	9.1	9.1
米 粉	3.2	3.2
乳 糖	12.0	12.0
香料・着色料	24.6	24.6
ひまわり油	4.3	4.3
	100 %	100 %

- 35 -

実施例 12

表-9の処方の制汗パウダーを作成した。各試料を専任女性パネラー5人により使用評価した結果、表-10の結果を得た。

表-9 制汗パウダー処方

成 分	処方1	処方2
超微粉塩化アルミニウム(Reheis)	25.00 %	25.00 %
タルク(局方品)	9.00	9.00
結晶セルロース (旭化成工業㈱; PH-M15)	45.75	45.75
ステアリン酸マグネシウム (局方品)	0.25	0.25
生 澱 粉 (α化澱粉)	20.00	—
加 工 澱 粉 (表-2のC)	—	20.00
	100.00	100.00

表-10 制汗パウダー評価結果
(一対比較法)

処 方	評 価 項 目		
	ザラツキ感	ベトツキ感	粉立ち性
1	} 差なし	あり(4人)	} 差なし
2		なし(1人)	

- 37 -

実施例 10

生味噌(固形分50%)200gに、前出の表-2のCサンプルを1g、2g、5g、それぞれ添加して混練し、凍結乾燥後粉砕して、乾燥粉末味噌を作製した。各試料をそれぞれ5g採り約90〜95℃の熱湯200cc中に投入したとき、本発明の加工澱粉が約2重量%以上添加された系は、速かな分散状態を呈したが、約1重量%添加した系は一部すまこが残った。

実施例 11

生味噌を凍結乾燥した後粉砕し、乾燥粉末味噌を作製した。当乾燥粉末味噌95部に、前出表-2のA-1試料を5部添加し、静圧プレスによりタブレット型成形味噌を作製した(5g/個)。この成形味噌を水200cc中に投入し攪拌したところ約1分間で完全に分散溶解した。

一方、上記加工澱粉(A-1)を添加しない系では、完全に分散溶解させるのに約3分間を要した。

- 36 -

実施例 13

脱脂粉乳10%、粉末油脂3%、砂糖5%、デキストン5%、残量水から成るスラリーを噴霧乾燥し、水分含量2%の粉末を得た。

当粉末に、表-2のA-3の加工澱粉を2%添加し粉体混合した。混合粉体を20℃、70%RHの条件下2ヵ月間放置した後、冷水中への分散性を検討し、表-11の結果を得た。

表-11 イミテーションクリームの分散性試験

№	試 料	製造直後	2ヵ月後
1	加工澱粉無添加品	小塊残存	大きな塊発生
2	加工澱粉2%添加品	均一に分散	均一に分散

(注) 20gの粉体混合物を80ccの水に加えた。

なお、加工澱粉添加品は吸湿後もブロッキングを生じていなかったが、無添加品はブロッキングを生じていた。

特許出願人 旭化成工業株式会社
代理人 弁理士 星 野 透

- 38 -

手続補正書 (自発)

昭和55年8月25日

特許庁長官 川原能雄 殿

1. 事件の表示

昭和55年 特許 願 第 79266 号

2. 発明の名称 加工 澱粉

3. 補正をする者

事件との関係 特許出願人

〒454 大阪府大阪市北区堂島浜1丁目2番6号
 氏名 (003) 旭化成工業株式会社
 代表取締役社長 宮崎 輝

4. 代理人

住 所 東京都新宿区四谷3丁目7番地かつ新ビル5B
 郵便番号160 電話03-359-8530
 氏 名 (7534) 弁理士 星 野 透

5. 補正命令の日付 なし

6. 補正により増加する発明の数 なし

7. 補正の対象

明細書の発明の詳細な説明の欄

8. 補正の内容 (別紙のとおり)

補正の内容

明細書の記載を次のとおり補正する。

(1) 第15頁/2行目

「……る。」の次に以下の文章を挿入する。

「尚、後述する乾燥処理工程での乾燥を容易にするために、上記加熱工程において、水と共に有機溶媒を混在させておくのは自由である。この有機溶媒は1種類もしくは2種類以上存在してよいし、水と相容性あるいは非相容性のいずれであつてもよい。水と相容性の有機溶剤を混在させる場合、澱粉粒子の糊化温度が、水単独系で示す値よりも高くなることがあるが、かかる場合も、後述する偏光十字測定を行ないつつ、澱粉粒子の外殻薄膜を破壊することなく澱粉粒子が非晶質化する温度まで加熱してやればよい。」

(2) 第21頁6行目

「する。」のあとに次の文章を挿入する。

「なお、サフラニンO (Safranin O) とNippon-Sky-blue のカラー・インデックス番号(C.I.66)

の色が若干変化することもあるので注意を要する。可能な限り、自然光を用いるべきである。」

(6) 第23頁/2行目

「67℃」を「76℃」と訂正する。

(7) 第26頁表-2を次のとおり訂正する。

(以下余白)

は、夫々、50240、および24400である。」

(3) 第21頁9~10行

「少し青味がかつた中庸の色」を「赤紫色ないし青紫色」と訂正する。

(4) 第21頁17~18行

「少し青味がかつた中庸の色」を「赤紫色ないし青紫色」と訂正する。

(5) 第22頁1行目

「される。」の次に以下の文を挿入する。

「なお、本発明の加工澱粉以外の、例えば表面α型内部β型澱粉や、複屈折粒子と非複屈折粒子とから構成されるような澱粉を染色して検視する場合、サフラニンOで桃色に染めた後の染料洗浄過程で、水溶性部分のα化澱粉あるいは損傷されてむき出しとなつたアミロース等が水と共に流去され、結果的に深青色に染つた粒子の数または割合が減少して観察されることがあるので留意しておく必要がある。

また、検視するときの光源の色で、被検物

表-2 各種サンプルの物性評価結果

サンプル名	6012 シュ	濃度 (g/100)	冷水可溶 分 (%)	膨潤容積 (ml/g)	複屈折率	粒子の破壊の有無	保水力 (%)
A-1	0	0.36	0.8	約8.8	偏光十字と認めない	青色	約4.8
A-2	0.1	0.50	0.9	約8.9	"	青色	約5.7
A-3	0.3	0.55	1.0	約9.2	"	青色	約6.1
B-1	7.4	0.67	1.2	約7.8	"	青紫色	約5.3
B-2	2.3	0.66	1.2	約8.3	"	青紫色	約5.3
C	0	0.30	1.1	約9.5	"	青色	約5.9
E	0	0.48	5.3	約4.3	偏光十字を認めない	若干破壊あり、赤紫色	約3.9
D	0.1	0.37	15.3	約14	偏光十字を殆ど認めない	粒子破壊あり、深青色	約3.8
F	0.3	0.56	9.6	約7.2	約4~5割が偏光十字を示す	青色と桃色が混在	約4.4
G	2.1	0.47	2.5	約3.8	大部分の粒子が偏光十字を示す	青色と桃色混在かつ二相星色混有り	約2.3
H	0	0.55	32.0	約16	偏光十字を認めない	深い青色	約3.4
CS等	0	0.45	0.3	2以下	全粒子が偏光十字を示す	彩かな桃色	約1.6

※未処理の生澱粉(以下同じ)

特開昭57-5700 (12)

(8) 紙38頁16行

「を生じていた。」の次に(1)の試験を追加する。

「実施例14

表-2のサンプルA-1、B-2、F、G、HおよびCSにつき、次の手順で染色を行ない色相の測定を行なった。

先ず澱粉試料1gを50ml容遠心沈降管に入れ、サフラニンO/エタノール(70/100)の1%水溶液6mlを加え、ガラス棒でよく攪拌して15分間静置し染色する。

純水を加え、遠心分離とデカンテーションを3回繰返し、過剰の染料を洗い流す。

次にNippon-Sky-Blueの1%水溶液を均一になる迄加え、混合する。次いで東洋丹紙(株)製一般定性ろ紙No.1(6μ)を用い、吸引しながら純水にてろ過洗浄する。洗浄は、ろ液が透明になるまで繰返す。次いで得られた湿潤物を適当なホルダーに移し、表面に付く過剰な水分をろ紙で吸い取らせれた後、スガ試験

機(株)製CDE-S CH-GV4型直読色差コンビューターにてJIS Z8730に準拠して、Lab系色差の測定を行なり。

測定結果は次の通りであつた。

表-12 色差測定結果

試料	L	a	b	$\Delta E(Lab)$
A-1	25.9	12.2	-14.5	70.2
B-1	27.7	8.4	-17.3	68.6
F	28.3	14.3	-11.0	67.4
CS	36.2	24.1	-4.2	62.1

(注) 標準試料(白色板): L=92.3、
a=-1.4、b=3.7

試料G、およびHは、冷水可溶分が染料洗浄時に徐々に膨潤溶解するためか粘度が上昇し、ろ過が不可能で、色差測定ができなかつた。一方、本発明の加工澱粉は、ろ過が全くスムーズであつた。

表-12の測定結果をLab色座標で表わすと明らかとなるが、Fの試料は、A-1、B-1の

試料よりも、原料コーンスターチであるCSの試料に近い色座標をとる。これは、損傷した澱粉あるいは冷水可溶分がサフラニンOの染料をデカンテーションにより除く際に同時に流出したため、青色染色部分が少なくなり、CSに近い色相となつたものである。

色差測定はできなかつたが、GおよびHの色は、水を含む粘糊なペースト状物の状態で深青色をなしていた。」

特許出願人 旭化成工業株式会社
代理人 井理士 星 野 透